

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-265039

(43)Date of publication of application : 28.09.2001

(51)Int.Cl.

G03G 5/147

G03G 21/10

G03G 21/00

(21)Application number : 2000-071737

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 15.03.2000

(72)Inventor : ITAMI AKIHIKO
SHIDA KAZUHISA

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR, IMAGE FORMING METHOD, IMAGE FORMING DEVICE AND PROCESS CARTRIDGE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an image forming method and an image forming device in which cleaning performance is retained over a long period of time and a good electrophotographic image free from image defects can be formed and to provide a process cartridge used in the image forming device.

SOLUTION: The objective electrophotographic photoreceptor has a curable resin layer having a torque ratio Tr [(torque value at 50° C)/(torque value at 40° C)] of 1.0-2.0 to urethane cleaning blades at 40° C and 50° C surface temperatures as a protective layer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-265039

(P2001-265039A)

(43)公開日 平成13年9月28日(2001.9.28)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
G 0 3 G 5/147	5 0 2	G 0 3 G 5/147	5 0 2 2 H 0 2 7
	5 0 3		5 0 3 2 H 0 3 4
	5 0 4		5 0 4 2 H 0 6 8
21/10		21/00	3 7 0 9 A 0 0 1
21/00	3 7 0		3 1 8
審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 29 頁)			

(21)出願番号 特願2000-71737(P2000-71737)

(22)出願日 平成12年3月15日(2000.3.15)

(71)出願人 000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72)発明者 伊丹 明彦

東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式会社内

(72)発明者 志田 和久

東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 電子写真感光体、画像形成方法、画像形成装置、及びプロセスカートリッジ

(57)【要約】

【課題】 本発明は長期に亘ってクリーニング性能を保持し、画像不良がなく、良好な電子写真画像を形成できる画像形成方法、画像形成装置を提供することにある、また該画像形成装置に用いられるプロセスカートリッジを提供することである。

【解決手段】 表面温度が40℃と50℃のウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r (50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有することを特徴とする電子写真感光体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r （50℃のトルク値/40℃のトルク値）が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有することを特徴とする電子写真感光体。

【請求項2】 前記硬化型樹脂層が有機ケイ素化合物と反応性電荷輸送性化合物を含有する塗布液を塗布乾燥することにより形成されたシロキサン系樹脂層であることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体。

【請求項3】 前記有機ケイ素化合物が下記一般式

(1) 及び (2) で表される化合物若しくはこれらの加水分解生成物であることを特徴とする請求項1又は2に記載の電子写真感光体。

一般式 (1) $R_1Si(X)_3$

一般式 (2) $R_1R_2Si(X)_2$

(式中、 R_1 、 R_2 は炭素数1～10のアルキル基、アリール基、ビニル基、アミノ基、 γ -グリシドキシプロピル基、 γ -メタクリルオキシプロピル基、 $C_nF_{2n+1}C_2H_4$ -を表す。 n は1～6の整数、 X は水酸基、又は加水分解性基を表す。)

【請求項4】 前記硬化型樹脂層がコロイダルシリカを含有することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の電子写真感光体。

【請求項5】 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各工程を有する画像形成方法において、該クリーニング工程がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r （50℃のトルク値/40℃のトルク値）が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体を用いて画像形成を行うことを特徴とする画像形成方法。

【請求項6】 前記電子写真感光体が円筒状電子写真感光体であり、該電子写真感光体をラインスピード400 (mm/sec) 以上の速度で回転させながら画像形成を行うことを特徴とする請求項5記載の画像形成方法。

【請求項7】 前記電子写真感光体のゴム弾性クリーニングブレードに対するトルクを初期値の90%以下で制御しながら画像形成を行うことを特徴とする請求項5又は6に記載の画像形成方法。

【請求項8】 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各工程を有する画像形成方法において、該クリーニング工程がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r （50℃のトルク値/40℃のトルク値）が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感

光体であり、該電子写真感光体を20℃以上50℃以下の範囲に温度制御しながら画像形成を行うことを特徴とする画像形成方法。

【請求項9】 前記電子写真感光体が円筒状電子写真感光体であり、該電子写真感光体をラインスピード400 (mm/sec) 以上の速度で回転させながら画像形成を行うことを特徴とする請求項8に記載の画像形成方法。

【請求項10】 前記電子写真感光体のゴム弾性クリーニングブレードに対するトルクを初期値の90%以下で制御しながら画像形成を行うことを特徴とする請求項8又は9に記載の画像形成方法。

【請求項11】 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各手段を有する画像形成装置において、該クリーニング手段がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r （50℃のトルク値/40℃のトルク値）が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体を用いて画像形成を行うことを特徴とする画像形成装置。

【請求項12】 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各手段を有する画像形成装置において、該クリーニング手段がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r （50℃のトルク値/40℃のトルク値）が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体であり、該電子写真感光体を20℃以上50℃以下の範囲に温度制御しながら画像形成を行うことを特徴とする画像形成装置。

【請求項13】 電子写真感光体と少なくとも帯電、像露光、現像、クリーニングの手段を有する画像形成装置に用いられるプロセスカートリッジにおいて、電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r （50℃のトルク値/40℃のトルク値）が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体と帯電手段、像露光手段、現像手段、クリーニング手段のいずれか1つとを一体に組み合わせて有することを特徴とするプロセスカートリッジ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、画像形成方法、画像形成装置、プロセスカートリッジ及び電子写真感光体に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、電子写真感光体（以下、単に感光

体とも云う)は有機光導電性物質を含有する有機感光体が最も広く用いられている。有機感光体は可視光から赤外光まで各種露光光源に対応した材料が開発し易いこと、環境汚染のない材料を選択できること、製造コストが安いこと等が他の感光体に対して有利な点であるが、唯一の欠点は機械的強度が弱く、多数枚の複写やプリント時に感光体表面の劣化や傷の発生がある事である。

【0003】又、前記有機感光体は残留トナーの除去に用いられるクリーニングブレードとの摩擦抵抗が大きく、前記感光体の表面がクリーニングにより摩耗したり、或いは感光体表面を著しく傷つけてしまう。このような問題を解決する1つの方法として、現像剤中に脂肪酸金属塩を添加し、現像を介して感光体表面に脂肪酸金属塩の薄層を形成し、クリーニングブレードとの摩擦抵抗を下げようとする試みがなされた。しかしながら、この方法では従来の有機感光体の表面はこのような機械的摩耗による膜厚減耗が大きく、脂肪酸金属塩の薄層を形成したことによる摩擦抵抗の低下も一時的な効果でしかなかった。

【0004】前記機械的摩耗による膜厚減耗を改善する方法として、本研究等々は電荷輸送性ポリシロキサン硬化樹脂層を感光体の表面層として提案してきた(特願平11-70308号)。この表面層を有する感光体は耐摩耗特性、及び耐環境特性(温度や湿度に対する静電特性の変化)は改善されるが、クリーニングブレードとの摩擦抵抗が大きく、ブレードめくれやクリーニング性能が低下するといった問題が発生することが判明した。即ち、このような高強度の表面層を用いた場合には、高寿命、低摩耗であるために逆に長期にわたって安定なクリーニング性を確保することが課題とされてきた。特に高温高湿環境ではトナーの流動性が低下するためクリーニング性が低下し、親水性付着物による画像流れ等の問題が発生し易い。また低温低湿環境ではブレード物性が変化し、ブレードのバウンディング現象や感光体の摩耗の増大といった問題が発生した。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は上記問題を解決し、長期に亘ってクリーニング性能を保持し、画像不良がなく、良好な電子写真画像を形成できる画像形成方法、画像形成装置を提供することにある、また該画像形成装置に用いられるプロセスカートリッジを提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、前記問題を解決するために検討を重ねた結果、感光体とクリーニングブレードの間に生じる摩擦力の温度依存性を適正な範囲に調整できる硬化型樹脂層の1種のシロキサン系樹脂層を有する感光体を用いることにより、環境変動に強い安定した画像形成を行うことができることを見出した。即ち40℃と50℃のトルク比 T_r が1.0以上

2.0以下の硬化型樹脂層の保護層を有する感光体を用いることにより、高温高湿環境(以後HHとも云う)での良好なクリーニング性の確保と適度な擦過力の付与による画像不良の抑制、低温低湿環境(以後LLとも云う)ではクリーニングブレードの安定した振動を維持させることが可能となり、上記課題を解決することが可能となった。即ち、本発明の目的は下記の構成のいずれかをとることにより達成されることを見出した。

【0007】1. 電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r (50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有することを特徴とする電子写真感光体。

【0008】2. 前記硬化型樹脂層が有機ケイ素化合物と反応性電荷輸送性化合物を含有する塗布液を塗布乾燥することにより形成されたシロキサン系樹脂層であることを特徴とする前記1記載の電子写真感光体。

【0009】3. 前記有機ケイ素化合物が下記一般式(1)及び(2)で表される化合物若しくはこれらの加水分解生成物であることを特徴とする前記1又は2に記載の電子写真感光体。

【0010】

一般式(1) $R_1Si(X)_3$

一般式(2) $R_1R_2Si(X)_2$

(式中、 R_1 、 R_2 は炭素数1~10のアルキル基、アリール基、ビニル基、アミノ基、 γ -グリシドキシプロピル基、 γ -メタクリルオキシプロピル基、 $C_nF_{2n+1}C_2H_4$ を表す。 n は1~6の整数、 X は水酸基、又は加水分解性基を表す。)

4. 前記硬化型樹脂層がコロイダルシリカを含有することを特徴とする前記1~3のいずれか1項に記載の電子写真感光体。

【0011】5. 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各工程を有する画像形成方法において、該クリーニング工程がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r

(50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体を用いて画像形成を行うことを特徴とする画像形成方法。

【0012】6. 前記電子写真感光体が円筒状電子写真感光体であり、該電子写真感光体をラインスピード400(mm/sec)以上の速度で回転させながら画像形成を行うことを特徴とする前記5記載の画像形成方法。

【0013】7. 前記電子写真感光体のゴム弾性クリーニングブレードに対するトルクを初期値の90%以下で制御しながら画像形成を行うことを特徴とする前記5又は6に記載の画像形成方法。

【0014】8. 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各工程を有する画像形成方法において、該クリーニング工程がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r

(50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体であり、該電子写真感光体を20℃以上50℃以下の範囲に温度制御しながら画像形成を行うことを特徴とする画像形成方法。

【0015】9. 前記電子写真感光体が円筒状電子写真感光体であり、該電子写真感光体をラインスピード400 (mm/sec) 以上の速度で回転させながら画像形成を行うことを特徴とする前記8に記載の画像形成方法。

【0016】10. 前記電子写真感光体のゴム弾性クリーニングブレードに対するトルクを初期値の90%以下で制御しながら画像形成を行うことを特徴とする前記8又は9に記載の画像形成方法。

【0017】11. 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各手段を有する画像形成装置において、該クリーニング手段がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r (50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体を用いて画像形成を行うことを特徴とする画像形成装置。

【0018】12. 少なくとも電子写真感光体、帯電、像露光、現像、クリーニングの各手段を有する画像形成装置において、該クリーニング手段がゴム弾性クリーニングブレードを用い、且つ該電子写真感光体として、該電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r (50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体であり、該電子写真感光体を20℃以上50℃以下の範囲に温度制御しながら画像形成を行うことを特徴とする画像形成装置。

【0019】13. 電子写真感光体と少なくとも帯電、像露光、現像、クリーニングの手段を有する画像形成装置に用いられるプロセスカートリッジにおいて、電子写真感光体の表面温度が40℃と50℃で測定されたウレタンクリーニングブレードに対するトルク比 T_r (50℃のトルク値/40℃のトルク値)が1.0以上2.0以下である硬化型樹脂層の保護層を有する電子写真感光体と帯電手段、像露光手段、現像手段、クリーニング手段のいずれか1つとを一体に組み合わせて有することを

特徴とするプロセスカートリッジ。

【0020】以下、本発明について詳細に説明する。本発明の感光体とウレタンクリーニングブレードのトルクは以下のような条件で測定する。

【0021】・トルク測定条件

(1) トルクの測定

トルクの測定はkonica7075ドラムカートリッジの駆動部と接続可能なドラム軸に円筒状電子写真感光体を固定し、該電子写真感光体に硬度 $70 \pm 1^\circ$ 、反発弾性 $35 \pm 1\%$ 、厚さ 2 ± 0.1 mm、自由長 9 ± 0.1 mmのウレタンクリーニングブレードをカウンター方向に当接角 $10 \pm 0.5^\circ$ 、線圧 20 g/cm となるように重り荷重方式で当接した。該クリーニングブレードのエッジ部に画像形成に用いるトナー粒子を塗布し、カウンター方向に回転させる際の起動トルクを測定した。感光体の表面温度は感光体内部に組み込んだ面状発熱体により加熱を行うことでコントロールし、表面温度センサーにより検出した値である。

【0022】トルク測定器とその設置条件

トルクの測定は、上記ドラム軸にトルクゲージ (TOH N I C H I 社製) を連結し、ゲージを回転させて、トルクゲージより伝達される力により感光体が回転を始めるトルクの最小値の値を求め、本発明における起動トルクの値とした。

【0023】次に、このような表面物性を有する本発明感光体の保護層構成について記載する。

【0024】本発明の硬化性樹脂層とは層形成の過程でモノマー、オリゴマー、又はポリマー等の該樹脂の構成成分が熱や光等のエネルギーにより、互いに化学反応を促進し、3次元架橋構造を形成した、耐熱性、耐摩耗性、硬度の高い樹脂層を云う。このような硬化性樹脂層の樹脂材料としては例えばエポキシ樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、フェノール樹脂等が挙げられるが、本発明では以下に示すようなシロキサン系樹脂層を用いて本発明の電子写真感光体を作製した。以下該シロキサン系樹脂層を有する電子写真感光体について記載する。

【0025】本発明の硬化性樹脂層 (電荷輸送性能を有する構造単位を含むシロキサン系樹脂層)

本発明の電子写真感光体は電荷輸送性能を有する構造単位を含むシロキサン系樹脂層を感光層の保護層として構成することにより達成される。該シロキサン系樹脂層は下記に詳述する硬化性有機ケイ素化合物等と該有機ケイ素化合物と反応性を有する反応性電荷輸送性化合物との組成物を塗布乾燥する事により得ることができる。

【0026】前記硬化性有機ケイ素化合物は代表的には下記一般式 (3) で表される有機ケイ素化合物を原料とした塗布組成物を塗布乾燥することにより形成される。これらの原料は親水性溶媒中では加水分解とその後に生じる縮合反応により、溶媒中で有機ケイ素化合物の縮合物 (オリゴマー) を形成する。これら塗布組成物を塗

布、乾燥することにより、3次元網目構造を形成したシロキサン系樹脂層を形成することができる。

【0027】

一般式(3) $(R)_n-Si-(X)_{4-n}$

式中、Siはケイ素原子、Rは該ケイ素原子に炭素が直接結合した形の有機基を表し、Xは水酸基又は加水分解性基を表し、nは0～3の整数を表す。

【0028】一般式(3)で表される有機ケイ素化合物において、Rで示されるケイ素に炭素が直接結合した形の有機基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル等のアルキル基、フェニル、トリル、ナフチル、ビフェニル等のアリール基、 γ -グリシドキシプロピル、 β -(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル等の含エポキシ基、 γ -アクリロキシプロピル、 γ -メタアクリロキシプロピルの含(メタ)アクリロイル基、 γ -ヒドロキシプロピル、2,3-ジヒドロキシプロピルオキシプロピル等の含水酸基、ビニル、プロペニル等の含ビニル基、 γ -メルカプトプロピル等の含メルカプト基、 γ -アミノプロピル、N- β (アミノエチル)- γ -アミノプロピル等の含アミノ基、 γ -クロロプロピル、1,1,1-トリフルオロプロピル、ノナフルオロヘキシル、パーフルオロオクチルエチル等の含ハロゲン基、その他ニトロ、シアノ置換アルキル基を挙げられる。特にメチル、エチル、プロピル、ブチル等のアルキル基が好ましい。又Xの加水分解性基としてはメトキシ、エトキシ等のアルコキシ基、ハロゲン基、アシルオキシ基が挙げられる。特に炭素数6以下のアルコキシ基が好ましい。

【0029】又一般式(3)で表される有機ケイ素化合物の具体的化合物で、nが2以上の場合、複数のRは同一でも異なっても良い。同様に、nが2以下の場合、複数のXは同一でも異なっても良い。又、一般式(3)で表される有機ケイ素化合物を2種以上を用いるとき、R及びXはそれぞれの化合物間で同一でも良く、異なっても良い。

【0030】又前記一般式(3)で表される有機ケイ素化合物の中でも、前記一般式(1)及び一般式(2)で表される有機ケイ素化合物若しくはこれらの加水分解生成物、或いは該加水分解生成物から得られる縮合物を使用することが好ましい。前記一般式(1)及び一般式

(2)で表される有機ケイ素化合物若しくはこれらの加水分解生成物、或いは該加水分解生成物から得られる縮合物を使用してえられた前記シロキサン系樹脂層は弾性と剛性を備え、且つゴム弾性クリーニングブレードに対するトルクの温度依存性が小さいシロキサン系樹脂層を形成することができる。特に前記一般式(1)と一般式

(2)で表される有機ケイ素化合物の比が1対0.1～1.0の組成で形成されたシロキサン系樹脂層を本発明の保護層として用いるとゴム弾性クリーニングブレードに対するトルクの温度依存性が小さい本発明の感光体を得

ることができる。

【0031】前記一般式(1)の有機ケイ素化合物の具体例としては下記の化合物が挙げられる。

【0032】即ち、トリクロロシラン、クロロメチルトリクロロシラン、メチルトリクロロシラン、1,2-ジブromoエチルトリクロロシラン、ビニルトリクロロシラン、1,2-ジクロロエチルトリクロロシラン、1-クロロエチルトリクロロシラン、2-クロロエチルトリクロロシラン、エチルトリクロロシラン、3,3,3-トリフルオロプロピルトリクロロシラン、2-シアノエチルトリクロロシラン、アリルトリクロロシラン、3-ブromoプロピルトリクロロシラン、クロロメチルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルトリクロロシラン、n-プロピルトリクロロシラン、エトキシメチルジクロロシラン、ジメトキシメチルクロロシラン、トリメトキシシラン、3-シアノプロピルトリクロロシラン、n-ブチルトリクロロシラン、イソブチルトリクロロシラン、クロロメチルトリエトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メルカプトメチルトリメトキシシラン、ペンチルトリクロロシラン、トリメトキシビニルシラン、エチルトリメトキシシラン、3,3,4,4,5,5,6,6-ノナフルオロヘキシルトリクロロシラン、4-クロロフェニルクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、シクロヘキシルトリクロロシラン、ヘキシルトリクロロシラン、トリス(2-クロロエトキシ)シラン、3,3,3-トリフルオロプロピルトリメトキシシラン、2-シアノエチルトリメトキシシラン、トリエトキシクロロシラン、3-クロロプロピルトリメトキシシラン、トリエトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、2-アミノエチルアミノメチルトリメトキシシラン、ベンジルトリクロロシラン、p-トリルトリクロロシラン、6-トリクロロシリル-2-ノルボルネン、2-トリクロロシリルノルボルネン、メチルトリアセトキシシラン、ヘプチルトリクロロシラン、クロロメチルトリエトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリス(2-アミノエトキシ)シラン、 β -フェネチルトリクロロシラン、トリアセトキシビニルシラン、2-(4-シクロヘキシルエチル)トリクロロシラン、エチルトリアセトキシシラン、3-トリフルオロアセトキシプロピルトリメトキシシラン、オクチルトリクロロシラン、トリエトキシビニルシラン、エチルトリエトキシシラン、3-(2-アミノエチルアミノプロピル)トリメトキシシラン、クロロメチルフェニルエチルトリクロロシラン、2-フェニルプロピルトリクロロシラン、4-クロロフェニルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ノニルトリクロロシラン、2-シアノエチルトリエトキシシラン、アリルトリエトキシシラン、3-アリルチオプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキ

シシラン、3-プロモプロビルトリエトキシシラン、3-クロロプロビルトリエトキシシラン、3-アリルアミノプロビルトリメトキシシラン、プロビルトリエトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、3-アミノプロビルトリエトキシシラン、メチルトリイソプロペノキシシラン、3-メタクリロキシプロビルトリメトキシシラン、デシルトリクロロシラン、ビス(エチルメチルケトオキシム)メトキシメチルシラン、3-モルフォリノプロビルトリメトキシシラン、3-ビペラジノプロビルトリメトキシシラン、メチルトリプロボキシシラン、メチルトリス(2-メトキシエトキシシラン)、2-(2-アミノエチルチオエチル)トリエトキシシラン、3-[2-(2-アミノエチルアミノエチルアミノ)プロビル]トリエトキシシラン、トリス(1-メチルビニロキシ)ビニルシラン、2-(3,4-エポキシシクロヘキシルエチル)トリメトキシシラン、トリイソプロボキシビニルシラン、トリス(2-メトキシエトキシ)ビニルシラン、ジイソプロボキシエチルメチルケトオキシムメチルシラン、3-ビペラジノプロビルトリメトキシシラン、ベンチルトリエトキシシラン、4-クロロフェニルトリエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ビス(エチルメチルケトオキシム)メチルイソプロボキシシラン、ビス(エチルメチルケトオキシム)-2-メトキシエトキシメチルシラン、3-(2-メチルビペラジノプロビル)トリメトキシシラン、3-シクロヘキシルアミノプロビルトリメトキシシラン、O, O'-ジエチルS-(2-トリエトキシシリルエチル)ジチオフォスフェート、ベンジルトリエトキシシラン、6-トリエトキシシリル-2-ノルボルネン、3-ベンジルアミノプロビルトリメトキシシラン、メチルトリス(エチルメチルケトオキシム)シラン、ビス(エチルメチルケトオキシム)ブトキシメチルシラン、メチルトリス(N, N-ジエチルアミノキシ)シラン、テトラデシルトリクロロシラン、オクチルトリエトキシシラン、フェニルトリス(2-メトキシエトキシ)シラン、3-(ビニルベンジルアミノプロビル)トリメトキシシラン、N-(3-トリエトキシシリルプロビル)-p-ニトロベンズアミド、3-(ビニルベンジルアミノプロビル)トリエトキシシラン、オクタデシルトリクロロシラン、ドデシルトリエトキシシラン、ドコシルトリクロロシラン、オクタデシルトリエトキシシラン、ジメチルオクタデシル-3-トリメトキシシリルプロビルアンモニウムクロライド、1, 2-ビス(メチルジクロロシリル)エタン等が挙げられる。

【0033】前記一般式(2)の有機ケイ素化合物の具体例としては下記の化合物が挙げられる。

【0034】クロロメチルメチルジクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、エチルジクロロシラン、メチルビニルジクロロシラン、エチルメチルジクロロシラン、ジメトキシメチルシラン、ジメトキシジメチルシラン、ジ

ビニルジクロロシラン、メチル-3, 3, 3-トリフルオロプロビルジクロロシラン、アリルメチルジクロロシラン、3-クロロプロビルメチルジクロロシラン、ジエチルジクロロシラン、メチルプロビルジクロロシラン、ジエトキシシラン、3-シアノプロビルメチルジクロロシラン、ブチルメチルジクロロシラン、ビス(2-クロロエトキシ)メチルシラン、ジエトキシメチルシラン、フェニルジクロロシラン、ジアリルジクロロシラン、ジメトキシメチル-3, 3, 3-トリフルオロプロビルシラン、メチルペンチルジクロロシラン、3-クロロプロビルジメトキシメチルシラン、クロロメチルジエトキシシラン、ジエトキシジメチルシラン、ジメトキシ-3-メルカプトプロビルメチルシラン、3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 6-ノナフルオロヘキシルメチルジクロロシラン、メチルフェニルジクロロシラン、ジASETキシメチルビニルシラン、シクロヘキシルメチルジクロロシラン、ヘキシルメチルジクロロシラン、ジエトキシメチルビニルシラン、ヘキシルメチルジクロロシラン、ジエトキシメチルビニルシラン、フェニルビニルジクロロシラン、6-メチルジクロロシリル-2-ノルボルネン、2-メチルジクロロシリルノルボルネン、3-メタクリロキシプロビルメチルジクロロシラン、ジエトキシジビニルシラン、ヘプチルメチルジクロロシラン、ジブチルジクロロシラン、ジエトキシジエチルシラン、ジメチルジプロボキシシラン、3-アミノプロビルジエトキシメチルシラン、3-(2-アミノエチルアミノプロビル)ジメトキシメチルシラン、アリルフェニルジクロロシラン、3-クロロプロビルフェニルジクロロシラン、メチル-β-フェネチルジクロロシラン、ジメトキシメチルフェニルシラン、2-(4-シクロヘキセニルエチル)メチルジクロロシラン、メチルオクチルジクロロシラン、ジエトキシエチルメチルケトオキシムメチルシラン、2-(2-アミノエチルチオエチル)ジエトキシメチルシラン、O, O'-ジエチルS-(2-トリメチルシリルエチル)ジチオフォスフェート、O, O'-ジエチルS-(2-トリメトキシシリルエチル)ジチオフォスフェート、t-ブチルフェニルジクロロシラン、3-メタクリロキシプロビルジメトキシメチルシラン、3-(3-シアノプロビルチオプロビル)ジメトキシメチルシラン、3-(2-ASETキシエチルチオプロビル)ジメトキシメチルシラン、ジメトキシメチル-2-ビペラジノエチルシラン、ジメトキシメチル-3-ビペラジノプロビルシラン、ジブトキシジメチルシラン、ジメトキシ-3-(2-エトキシエチルチオプロビル)メチルシラン、3-ジメチルアミノプロビルジエトキシメチルシラン、ジエチル-2-トリメチルシリルメチルチオエチルフォスファイト、ジエトキシメチルフェニルシラン、デシルメチルジクロロシラン、ビス(エチルメチルケトオキシム)エトキシメチルシラン、ジエトキシ-3-グリシドキシプロビルメチルシラン、3-(3-ASET

11

トキシプロピルチオ) プロピルジメトキシメチルシラン、ジメトキシメチル-3-ピペリジノプロピルシラン、ジプロボキシエチルメチルケトオキシムメチルシラン、ジフェニルジクロロシラン、ジフェニルジフルオロシラン、ジフェニルシランジオール、ジヘキシルジクロロシラン、ビス(エチルメチルケトオキシム)メチルプロボキシシラン、ジメトキシメチル-3-(4-メチルピペリジノプロピル)シラン、ドデシルメチルジクロロシラン、ジメトキシジフェニルシラン、ジメトキシフェニル-2-ピペリジノエトキシシラン、ジメトキシメチル-3-(3-フェノキシプロピルチオプロピル)シラン、ジアセトキシジフェニルシラン、ジエトキシジフェニルシラン、ジエトキシドデシルメチルシラン、メチルオクタデシルジクロロシラン、ジフェニルメトキシ-2-ピペリジノエトキシシラン、ドコシルメチルジクロロシラン、ジエトキシメチルオクタデシルシラン等が挙げられる。

【0035】前記シロキサン系樹脂層は更に、下記一般式(4)で示された電荷輸送性化合物と前記有機ケイ素化合物又は該縮合物等との縮合反応により、該シロキサン系樹脂層を電荷輸送性を有する構造単位を含むシロキサン系樹脂層にする事により、該樹脂層の残留電位上昇を小さく抑えることができる。

【0036】一般式(4) $B-(R_1-ZH)_m$ 。

式中、Bは電荷輸送性能を有する構造単位を含む1価又は多価の基を表し、 R_1 は単結合又は2価のアルキレン基を表し、Zは酸素原子、硫黄原子又はNHを表し、mは1~4の整数を表す。

【0037】一般式(4)のBは電荷輸送性化合物構造を含む1価以上の基である。ここでBが電荷輸送性化合物構造を含むとは、一般式(4)中の(R_1-ZH)基を除いた化合物構造が電荷輸送性能を有しているか、又は前記一般式(4)中の(R_1-ZH)基を水素原子で置換したBHの化合物が電荷輸送性能を有する事を意味する。

【0038】尚、前記の電荷輸送性化合物とは電子或いは正孔のドリフト移動度を有する性質を示す化合物であり、又別の定義としてはTime-Of-Flight法などの電荷輸送性能を検知できる公知の方法により電荷輸送に起因する検出電流が得られる化合物として定義できる。

【0039】前記シロキサン系樹脂層中に5nm~500nmの無機金属酸化物粒子を含有させることが好ましい。即ち、前記シロキサン系樹脂層は水酸基或いは加水分解性基を有する有機ケイ素化合物、又は該有機ケイ素化合物の縮合生成物と水酸基を有する電荷輸送性能化合物、及び5nm~500nmの無機金属酸化物粒子を含有する組成物と塗布、乾燥させて得られる電荷輸送性を有する複合化された樹脂層が好ましい。

【0040】前記5nmから500nmの金属酸化物粒

12

子は通常は液相法によって合成される。金属原子の例としてはSi、Ti、Al、Cr、Zr、Sn、Fe、Mg、Mn、Ni、Cuなどが挙げられる。これらの金属酸化物粒子はコロイド粒子として得ることができる。

【0041】前記金属酸化物粒子のコロイド粒子は通常次の一般式で表される金属アルコキシド又は金属アリーロキシド等の金属オキシドより合成することができる。

【0042】 $M(OR)_4$

Mは金属原子、Rは炭素数1~20のアルキル基、アリール基、フェニル基、ベンジル基を表す。

【0043】該コロイド粒子はゾルーゲル工程を経て得ることができる。ゾルーゲル工程において、はじめに、ゾルは触媒の存在下アルコール/水性溶媒中に金属オキシドを懸濁することによって得られる。該溶液中の金属オキシドは加水分解を受けて、ゲル構造に縮合する。ゲルは縮合され、沈殿した金属酸化物粒子のコロイド粒子を形成する。

【0044】又、前記金属酸化物粒子は該粒子表面に前記有機ケイ素化合物と反応性を有する化合物基を有することが好ましい。該反応性を有する化合物基としては、例えば水酸基、アミノ基等が挙げられる。このような反応性基を有する金属酸化物粒子を用いることにより、本発明の保護層は前記シロキサン系樹脂と該金属酸化物粒子表面が化学結合をした複合化されたシロキサン系樹脂層を形成し、強度と弾性を増強した樹脂層となり、該シロキサン系樹脂層を感光体の保護層として用いるとブレードクリーニング等の擦過に対して摩耗しにくい、電子写真特性の良好な膜を形成する。

【0045】前記水酸基又は加水分解性基を有する有機ケイ素化合物、及び水酸基又は加水分解性基を有する有機ケイ素化合物から形成された縮合物との総量(H)と前記一般式(4)の化合物の量(I)の組成比としては、質量比で100:3~50:100であることが好ましく、より好ましくは100:10~50:100の間である。

【0046】また前記金属酸化物粒子の添加量(J)は前記総量(H)+化合物の量(I)の総質量100部に対し(J)を1~30質量部を用いることが好ましい。

【0047】前記総量(H)成分が前記の範囲内で使用されると、本発明の感光体表面層の硬度が高く且つ弾力性がある。一方、前記化合物の量(I)が前記の範囲内で使用されると感度や残留電位特性等の電子写真特性が良好であり、前記感光体表面層の硬度が高い。

【0048】前記シロキサン系樹脂層を有する感光体と前記クリーニングブレードとのトルク温度依存性を小さくするには、シロキサン系樹脂層中に相対的に有機基成分の含有量を増やし、或いは硬化条件を変化させて架橋構造を適正化し、膜の弾性変形を低減させることが有効である。たとえば二官能のシランのように有機基を複数

13

持つシランや前記一般式で示された反応性の電荷輸送性化合物を用いて、電荷輸送性基を持つ構造をシロキサン系樹脂構造中に組み込むことにより、トルクの温度依存性を低減させることができる。又、前記シロキサン系樹脂層製造時に用いる硬化触媒の種類を選択することによってもトルク温度依存性を小さくすることができる。更には前記シロキサン系樹脂層の製造過程の乾燥温度を80℃以上の高温で行うこと、更に乾燥後のシロキサン系樹脂層を30℃～100℃で数時間以上の再加熱を行うこと等が好ましい。

【0049】前記のシロキサン系樹脂層を形成するには縮合反応を促進するために縮合触媒としては以下のような縮合触媒が前記トルク依存性を小さくする為に好ましい。

14

【0050】具体的な縮合触媒としては酸、金属酸化物、金属塩、金属キレート化合物、アルキルアミノシラン化合物など従来シリコンハードコート材料に用いられてきた公知の触媒を用いることができるが、磷酸、酢酸の他、チタンキレートやアルミニウムキレート及びスズ有機酸塩（スタナスオクトエート、ジブチルチンジアセテート、ジブチルチンジラウレート、ジブチルチンメルカプチド、ジブチルチンチオカルボキシレート、ジブチルチンマリエート等）等が好ましい。

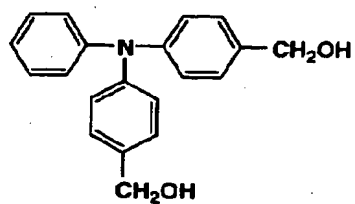
【0051】以下に前記一般式（4）で表される好ましい化合物例をあげるが、本発明においては下記化合物には限定されない。

【0052】

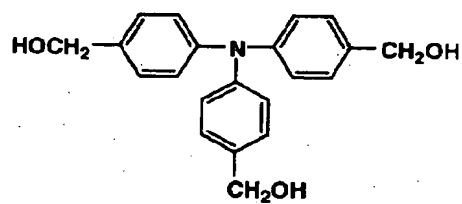
【化1】

15

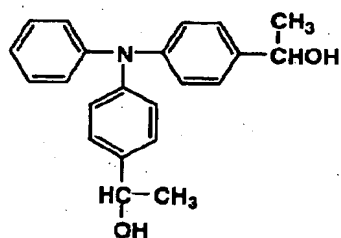
(B-1)



(B-2)



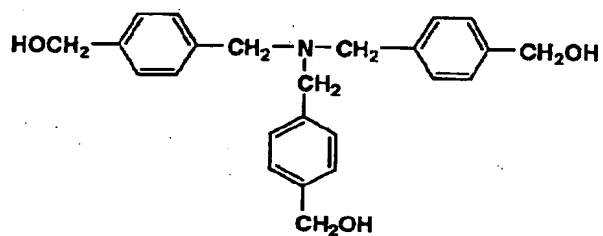
(B-3)



(B-4)



(B-5)

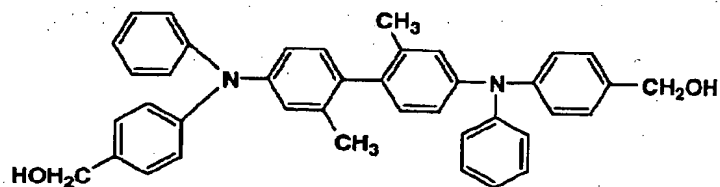


【0053】

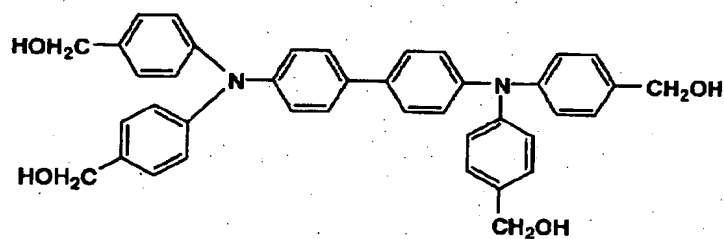
【化2】

17

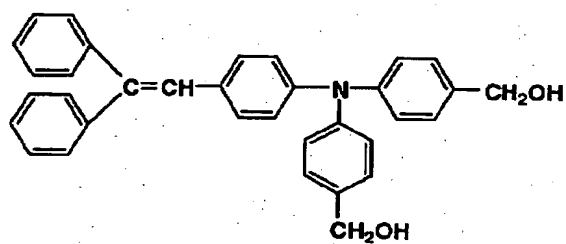
(B-6)



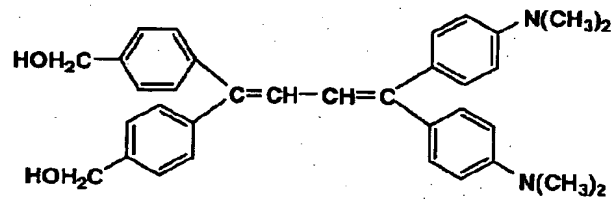
(B-7)



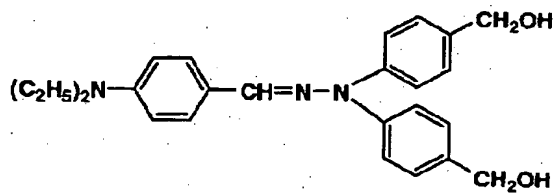
(B-8)



(B-9)



(B-10)



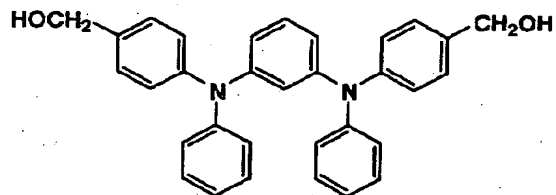
【0054】

【化3】

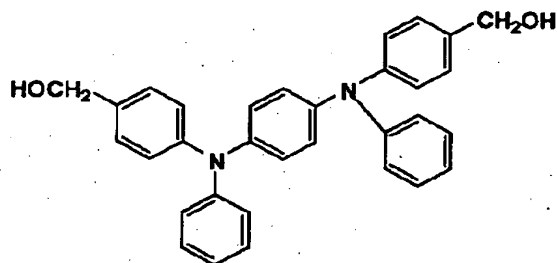
19

20

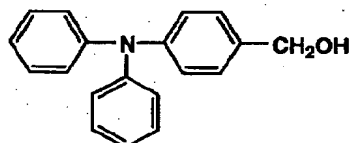
(B-11)



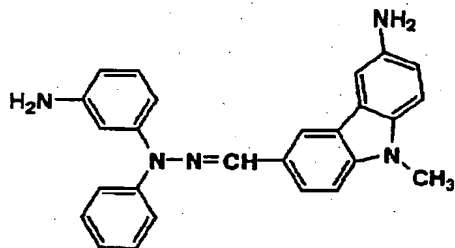
(B-12)



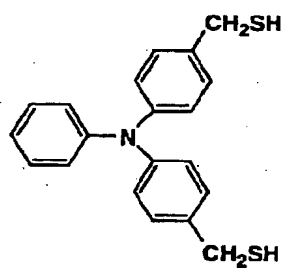
(B-13)



(B-14)



(B-15)



【0055】前記シロキサン系樹脂層には酸化防止剤を含有させることが好ましい。該酸化防止剤とは、その代表的なものは電子写真感光体中ないしは感光体表面に存在する自動酸化性物質に対して、光、熱、放電等の条件下で酸素の作用を防止ないし、抑制する性質を有する物質である。詳しくは下記の化合物群が挙げられる。

【0056】(1) ラジカル連鎖禁止剤

・フェノール系酸化防止剤

ヒンダードフェノール系

・アミン系酸化防止剤

ヒンダードアミン系

ジアリルジアミン系

ジアリルアミン系

・ハイドロキノン系酸化防止剤

(2) 過酸化分解剤

・硫黄系酸化防止剤 (チオエーテル類)

21

・ 磷酸系酸化防止剤 (亜磷酸エステル類)

上記酸化防止剤のうちでは、(1)のラジカル連鎖禁止剤が良く、特にヒンダードフェノール系或いはヒンダードアミン系酸化防止剤が好ましい。又、2種以上のものを併用してもよく、例えば(1)のヒンダードフェノール系酸化防止剤と(2)のチオエーテル類の酸化防止剤との併用も良い。更に、分子中に上記構造単位、例えばヒンダードフェノール構造単位とヒンダードアミン構造単位を含んでいるものでも良い。

【0057】前記酸化防止剤の中でも特にヒンダードフェノール系、ヒンダードアミン系酸化防止剤が高温高湿時のカブリの発生や画像ボケ防止に特に効果がある。

【0058】ヒンダードフェノール系或いはヒンダードアミン系酸化防止剤のシロキサン系樹脂層中の含有量は0.01~20質量%が好ましい。0.01質量%未満だと高温高湿時のカブリや画像ボケに効果がなく、20質量%より多い含有量ではシロキサン系樹脂層中の電荷輸送能の低下がおこり、残留電位が増加しやすくなり、又膜強度の低下が発生する。

【0059】又、前記酸化防止剤は下層の電荷発生層或いは電荷輸送層、中間層等にも必要により含有させて良い。これらの層への前記酸化防止剤の添加量は各層に対して0.01~20質量%が好ましい。

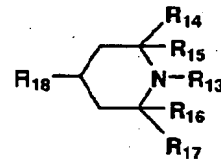
【0060】ここでヒンダードフェノールとはフェノール化合物の水酸基に対しオルト位置に分岐アルキル基を有する化合物類及びその誘導体を云う(但し、水酸基がアルコキシに変成されていても良い)。

【0061】ヒンダードアミン系とはN原子近傍にかさ高い有機基を有する化合物である。かさ高い有機基としては分岐状アルキル基があり、例えばt-ブチル基が好ましい。例えば下記構造式で示される有機基を有する化合物類が好ましい。

【0062】

22

【化4】



【0063】式中のR₁₃は水素原子又は1価の有機基、R₁₄、R₁₅、R₁₆、R₁₇はアルキル基、R₁₈は水素原子、水酸基又は1価の有機基を示す。

【0064】ヒンダードフェノール部分構造を持つ酸化防止剤としては、例えば特開平1-118137号(P7~P14)記載の化合物が挙げられるが本発明はこれに限定されるものではない。

【0065】ヒンダードアミン部分構造を持つ酸化防止剤としては、例えば特開平1-118138号(P7~P9)記載の化合物も挙げられるが本発明はこれに限定されるものではない。

【0066】有機リン化合物としては、例えば、一般式R-O-P(OR)-ORで表される化合物で代表的なものとして下記のものがある。尚、ここにおいてRは水素原子、各々置換もしくは未置換のアルキル基、アルケニル基又はアリール基を表す。

【0067】有機硫黄系化合物としては、例えば、一般式R-S-Rで表される化合物で代表的なものとして下記のものがある。尚、ここにおいてRは水素原子、各々置換もしくは未置換のアルキル基、アルケニル基又はアリール基を表す。

【0068】以下に代表的な酸化防止剤の化合物例を挙げる。

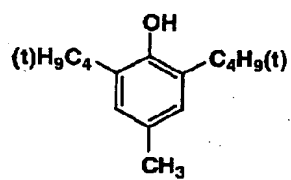
【0069】

【化5】

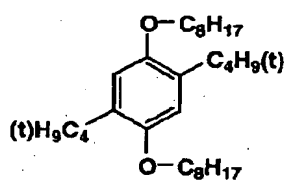
23

24

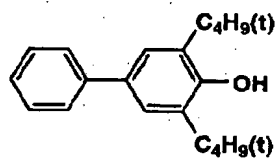
1-1



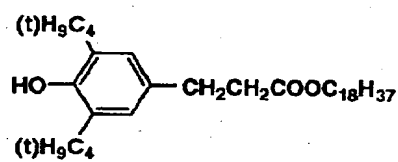
1-2



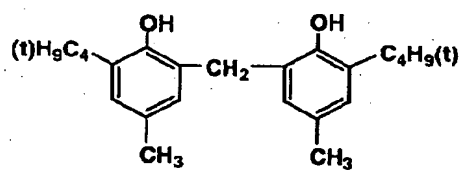
1-3



1-4



1-5



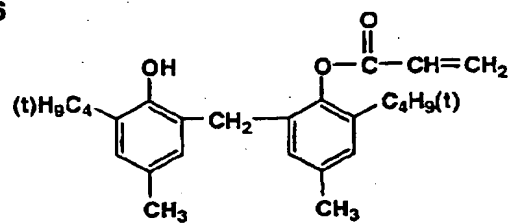
【0070】

【化6】

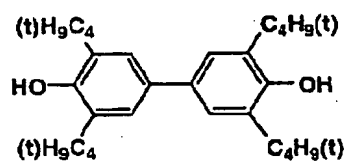
25

26

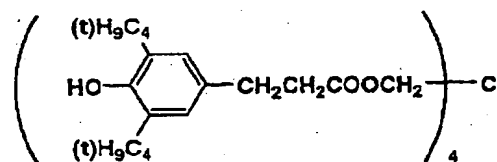
1-6



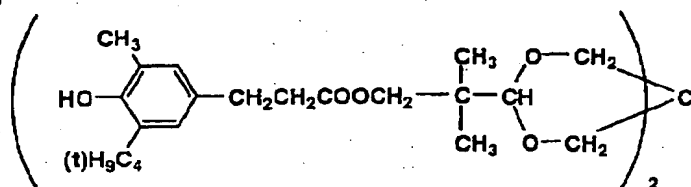
1-7



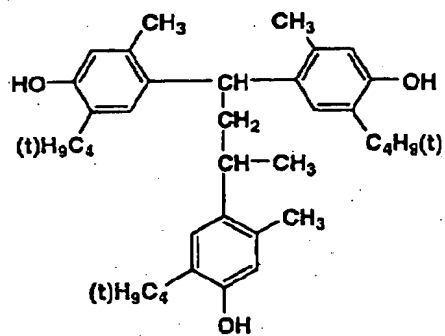
1-8



1-9



1-10



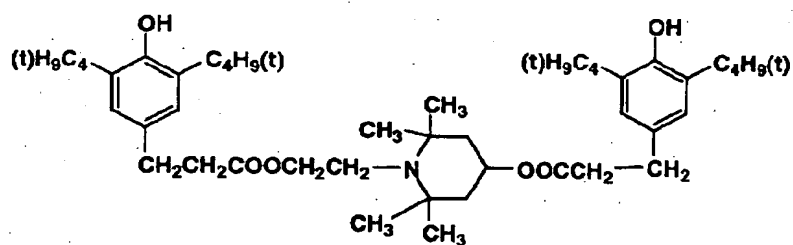
【0071】

【化7】

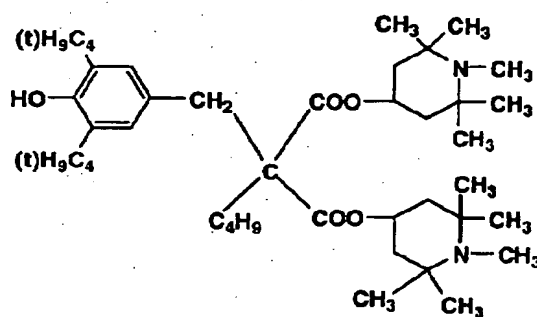
27

28

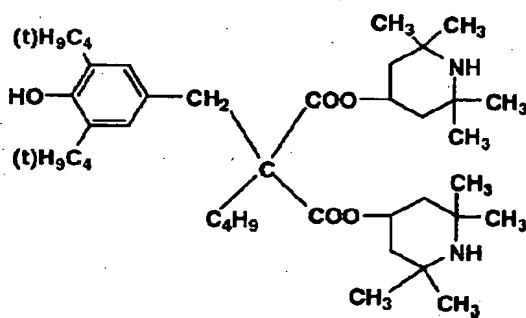
2-1



2-2



2-3



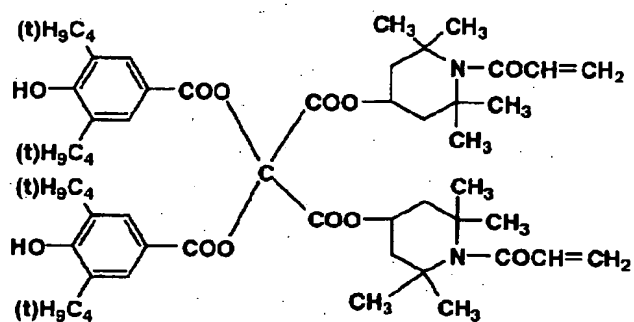
【0072】

【化8】

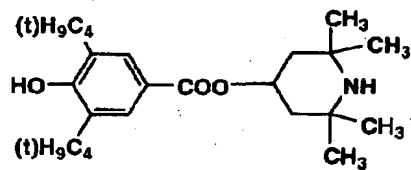
29

30

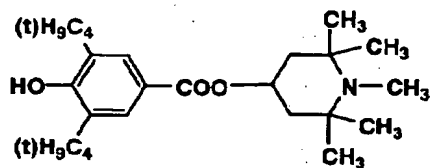
2-4



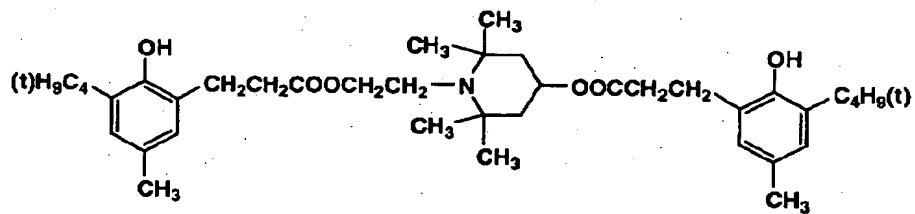
2-5



2-6



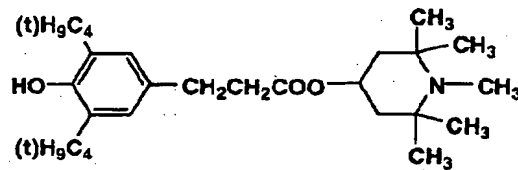
2-7



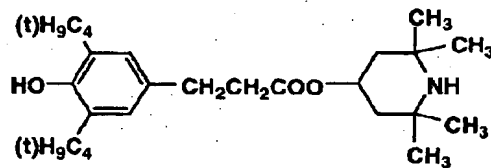
【0073】

【化9】

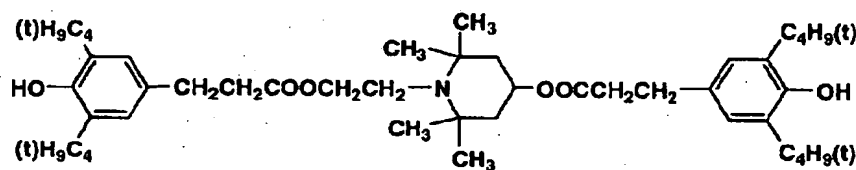
2-8



2-9



2-10



【0074】次に、前記保護層以外の本発明の感光体構成について記載する。本発明の電子写真感光体の層構成は、特に限定はないが、電荷発生層、電荷輸送層、或いは電荷発生・電荷輸送層（電荷発生と電荷輸送の機能を同一層に有する層）等の感光層とその上に保護層を塗設した構成をとるのが好ましい。

【0075】以下に本発明に用いられる感光体の構成について記載する。

導電性支持体

本発明の感光体に用いられる導電性支持体としてはシート状、円筒状のどちらを用いても良いが、画像形成装置をコンパクトに設計するためには円筒状導電性支持体の方が好ましい。

【0076】本発明の円筒状導電性支持体とは回転することによりエンドレスに画像を形成できるように必要な円筒状の支持体を意味し、真直度で0.1mm以下、振れ0.1mm以下の範囲にある導電性の支持体が好ましい。この真円度及び振れの範囲を超えると、良好な画像形成が困難になる。

【0077】導電性の材料としてはアルミニウム、ニッケルなどの金属ドラム、又はアルミニウム、酸化錫、酸化インジウムなどを蒸着したプラスチックドラム、又は導電性物質を塗布した紙・プラスチックドラムを使用することができる。導電性支持体としては常温で比抵抗

10³Ωcm以下が好ましい。

【0078】本発明で用いられる導電性支持体は、その表面に封孔処理されたアルマイト膜が形成されたものを用いても良い。アルマイト処理は、通常例えばクロム酸、硫酸、シュウ酸、リン酸、硼酸、スルファミン酸等の酸性浴中で行われるが、硫酸中での陽極酸化処理が最も好ましい結果を与える。硫酸中での陽極酸化処理の場合、硫酸濃度は100～200g/l、アルミニウムイオン濃度は1～10g/l、液温は20℃前後、印加電圧は約20Vで行うのが好ましいが、これに限定されるものではない。又、陽極酸化被膜の平均膜厚は、通常20μm以下、特に10μm以下が好ましい。

【0079】中間層

本発明においては導電性支持体と感光層の間に、バリエー機能を備えた中間層を設けることもできる。

【0080】本発明においては導電性支持体と前記感光層のとの接着性改良、或いは該支持体からの電荷注入を防止するために、該支持体と前記感光層の間に中間層（下引層も含む）を設けることもできる。該中間層の材料としては、ポリアミド樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂並びに、これらの樹脂の繰返し単位のうちの2つ以上を含む共重合体樹脂が挙げられる。これら下引き樹脂の中で繰返し使用に伴う残留電位増加を小さくできる樹脂としてはポリアミド樹脂が好ましい。又、こ

33

れら樹脂を用いた中間層の膜厚は、 $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ が好ましい。

【0081】又本発明に最も好ましく用いられる中間層はシランカップリング剤、チタンカップリング剤等の有機金属化合物を熱硬化させた硬化性金属樹脂を用いた中間層が挙げられる。硬化性金属樹脂を用いた中間層の膜厚は、 $0.1 \sim 2 \mu\text{m}$ が好ましい。

【0082】感光層

本発明の感光体の感光層構成は前記中間層上に電荷発生機能と電荷輸送機能を1つの層に持たせた単層構造の感光層構成でも良いが、より好ましくは感光層の機能を電荷発生層(CGL)と電荷輸送層(CTL層)に分離した構成をとるのがよい。機能を分離した構成を取ることにより繰り返し使用に伴う残留電位増加を小さく制御でき、その他の電子写真特性を目的に合わせて制御しやすい。負帯電用の感光体では中間層の上に電荷発生層(CGL)、その上に電荷輸送層(CTL層)の構成を取ることが好ましい。正帯電用の感光体では前記層構成の順が負帯電用感光体の場合の逆となる。本発明の最も好ましい感光層構成は前記機能分離構造を有する負帯電感光体構成である。

【0083】以下に機能分離負帯電感光体の感光層構成について説明する。

電荷発生層

電荷発生層：電荷発生層には電荷発生物質(CGM)を含有する。その他の物質としては必要によりバインダー樹脂、その他添加剤を含有しても良い。

【0084】電荷発生物質(CGM)としては公知の電荷発生物質(CGM)を用いることができる。例えばフタロシアニン顔料、アゾ顔料、ペリレン顔料、アズレニウム顔料などを用いることができる。これらの中で繰り返し使用に伴う残留電位増加を最も小さくできるCGMは複数の分子間で安定な凝集構造をとりうる立体、電位構造を有するものであり、具体的には特定の結晶構造を有するフタロシアニン顔料、ペリレン顔料のCGMが挙げられる。例えばCu-K α 線に対するブラッグ角 2θ が 27.2° に最大ピークを有するチタニルフタロシアニン、同 2θ が 12.4° に最大ピークを有するベンズイミダゾールペリレン等のCGMは繰り返し使用に伴う劣化がほとんどなく、残留電位増加小さくすることができる。

【0085】電荷発生層にCGMの分散媒としてバインダーを用いる場合、バインダーとしては公知の樹脂を用いることができるが、最も好ましい樹脂としてはホルマール樹脂、ブチラール樹脂、シリコン樹脂、シリコン変性ブチラール樹脂、フェノキシ樹脂等が挙げられる。バインダー樹脂と電荷発生物質との割合は、バインダー樹脂100質量部に対し20~600質量部が好ましい。これらの樹脂を用いることにより、繰り返し使用に伴う残留電位増加を最も小さくできる。電荷発生層の膜厚は

34

$0.01 \mu\text{m} \sim 2 \mu\text{m}$ が好ましい。

【0086】電荷輸送層

電荷輸送層：電荷輸送層には電荷輸送物質(CTM)及びCTMを分散し製膜するバインダー樹脂を含有する。その他の物質としては必要により酸化防止剤等の添加剤を含有しても良い。

【0087】電荷輸送物質(CTM)としては公知の電荷輸送物質(CTM)を用いることができる。例えばトリフェニルアミン誘導体、ヒドラゾン化合物、スチリル化合物、ベンジジン化合物、ブタジエン化合物などを用いることができる。これら電荷輸送物質は通常、適当なバインダー樹脂中に溶解して層形成が行われる。これらの中で繰り返し使用に伴う残留電位増加を最も小さくできるCTMは高移動度で、且つ組み合わされるCGMとのイオン化ポテンシャル差が 0.5 (eV) 以下の特性を有するものであり、好ましくは 0.25 (eV) 以下である。

【0088】CGM、CTMのイオン化ポテンシャルは表面分析装置AC-1(理研計器社製)で測定される。

【0089】電荷輸送層(CTL層)に用いられる樹脂としては、例えばポリスチレン、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、ポリビニルブチラール樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、フェノール樹脂、ポリエステル樹脂、アルキッド樹脂、ポリカーボネート樹脂、シリコン樹脂、メラミン樹脂並びに、これらの樹脂の繰り返し単位のうちの2つ以上を含む共重合体樹脂。又これらの絶縁性樹脂の他、ポリ-N-ビニルカルバゾール等の高分子有機半導体が挙げられる。

【0090】これらCTLのバインダーとして最も好ましいものはポリカーボネート樹脂である。ポリカーボネート樹脂はCTMの分散性、電子写真特性を良好にすることに於いて、最も好ましい。バインダー樹脂と電荷輸送物質との割合は、バインダー樹脂100質量部に対し10~200質量部が好ましい。又、電荷輸送層の膜厚は $10 \sim 40 \mu\text{m}$ が好ましい。

【0091】保護層

感光体の保護層として、前記シロキサン系樹脂層を設けることにより、本発明の最も好ましい層構成を有する感光体を得ることができる。

【0092】本発明の中間層、感光層、保護層等の層形成に用いられる溶媒又は分散媒としては、n-ブチルアミン、ジエチルアミン、エチレンジアミン、イソプロパノールアミン、トリエタノールアミン、トリエチレンジアミン、N,N-ジメチルホルムアミド、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソプロピルケトン、シクロヘキサノン、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロホルム、ジクロロメタン、1,2-ジクロロエタン、1,2-ジクロロプロパン、1,1,2-トリクロロエタン、1,1,1-トリクロロエタン、トリクロロエチレ

ン、テトラクロロエタン、テトラヒドロフラン、ジオキソラン、ジオキサン、メタノール、エタノール、ブタノール、イソプロパノール、酢酸エチル、酢酸ブチル、ジメチルスルホキシド、メチルセロソルブ等が挙げられる。本発明はこれらに限定されるものではないが、ジクロロメタン、1, 2-ジクロロエタン、メチルエチルケトン等が好ましく用いられる。また、これらの溶媒は単独或いは2種以上の混合溶媒として用いることもできる。

【0093】次に本発明の電子写真感光体を製造するための塗布加工方法としては、浸漬塗布、スプレー塗布、円形量規制型塗布等の塗布加工法が用いられるが、感光層の上層側の塗布加工は下層の膜を極力溶解させないため、又、均一塗布加工を達成するためスプレー塗布又は円形量規制型（円形スライドホッパ型がその代表例）塗布等の塗布加工方法を用いるのが好ましい。なお本発明の保護層は前記円形量規制型塗布加工方法を用いるのが最も好ましい。前記円形量規制型塗布については例えば特開昭58-189061号公報に詳細に記載されている。

【0094】本発明の電子写真感光体は電子写真複写機、レーザープリンター、LEDプリンター及び液晶シャッター式プリンター等の電子写真装置一般に適応するが、更に、電子写真技術を応用したディスプレイ、記録、軽印刷、製版及びファクシミリ等の装置にも幅広く適用することができる。

【0095】次に、本発明の電子写真感光体を適用する画像形成方法、画像形成装置について、例を挙げて説明する。

【0096】・帯電前露光工程（直前の画像形成で感光体上に残留する電荷を消去する為の露光）：帯電前露光工程としてはLED等による光照射が用いられる。帯電前露光は感光体の応答の遅れによる残留電位の上昇や露光パターンに起因するメモリーの発生を抑制できる。但し、本発明の電子写真感光体は帯電前露光のない系でも長期に亘って安定した画像を得ることができる。

【0097】・帯電工程：コロナ帯電、接触帯電方式のいずれも好適に用いることができる。特に接触帯電方式は直接帯電部材が電子写真感光体と接触するため、感光体がダメージを受けやすく、本発明の感光体の効果が顕著に現れる。感光体上への帯電電位は使用する感光体により適宜決定されるが、帯電電圧で300～1500Vになるようにこの帯電工程で帯電される。

【0098】・像露光工程：露光光源は白色光、LED、LDいずれも好適に用いることができるが、露光量が大きくなりすぎると残留電位が上昇し易くなり、本発明の感光体の効果が顕著に現れる。デジタル画像の場合は像露光光源はLED、LDが好ましい。

【0099】・現像工程：現像工程には一成分、二成分のいずれの現像剤も使用可能であり、磁性、非磁性トナ

一のいずれも好適に用いることができる。特に前記露光工程から該現像工程までのプロセス時間が短い高速の画像形成方法や画像形成装置、或いは直径の小さい円筒状感光体を用いた画像形成方法や画像形成装置において、高硬度で且つ時間応答性が良好な本発明の感光体はその特徴を発揮することができる。

【0100】即ち、本発明の感光体を用いた画像形成方法、画像形成装置の1つは該感光体上に像露光工程で像露光後、次の現像工程において、現像が開始されるまでの時間が100m/sec以下の画像形成方法、画像形成装置を特徴とする。該画像形成方法、画像形成装置はA4紙40枚以上の高速複写機やプリンターや、直径30mmφ以下の円筒状感光体を用いた小型の複写機やプリンターを設計しても微細画像を忠実に作製することを可能にする。

【0101】・転写工程：転写工程にはコロナ転写、ローラー転写、中間転写体を用いる転写方式のいずれも好適に用いられるが、コロナ転写では紙粉の静電的な付着が起りやすくなるため本発明の感光体の効果が顕著に現れる。

【0102】・分離工程：特に大径の円筒状支持体に形成された電子写真感光体では分離性が劣るため、爪分離が有効である。しかしながら爪分離方式では電子写真感光体が分離爪の接触により発生する爪傷の影響を受けやすいため、本発明の電子写真感光体は爪分離のプロセスにおいては顕著な効果を示す。

【0103】・クリーニング工程：通常クリーニングブレードが好適に用いられ、更にクリーニングの補助部材としてファーブラシやローラーを用いることができる。クリーニング条件は感光体の減耗に大きく影響するため、本発明の電子写真感光体を用いることにより、幅広いクリーニング工程に対応することができる。

【0104】・定着工程：加熱定着が好ましい。例えば加熱ローラー定着、フラッシュ定着等が用いられる。

【0105】本発明の感光体が適用される画像形成方法は上記に記した画像形成工程を基本として、応用、展開したプロセスにも適用される。

【0106】たとえば、カラー現像では帯電器、或いは現像器が複数感光体周辺に配置される画像形成方法にも本発明の感光体は適用される。

【0107】又、転写工程では中間転写体を使用するような工程にも適用される。クリーニング工程ではクリーニングの補助機構や紙粉除去機能を有する工程が付加されてもよい。

【0108】・クリーニングブレードの特性と当接条件本発明のクリーニング工程では感光体に圧接配置されたゴム弾性クリーニングブレード部材を備えたクリーニング手段を用いて、転写されず感光体上に残留したトナーをクリーニングする。以下、図1のクリーニングの機構を説明する図を用いて説明する。

37

【0109】本発明では前記ゴム弾性クリーニングブレードを感光体の回転方向に対し、カウンター方向に当接する。前記ゴム弾性クリーニングブレード自由長 L は図1に示すように支持部材19.1の端部から変形前のブレードの先端点の長さを表す。該自由長の好ましい値としては $L=6\sim 15\text{mm}$ 、である。前記ゴム弾性クリーニングブレードの厚さは $0.5\sim 10\text{mm}$ が好ましい。

【0110】当接荷重 P はブレード26Aを感光体ドラム21に当接させたときの圧接力 P' の法線方向ベクトル値である。

【0111】又当接角 θ は感光体の当接点Aにおける接線Xと変形前のブレード（図面では点線で示した）とのなす角を表す。172は支持部材を固定するための固定ねじ、193は荷重パネを示す。

【0112】前記ゴム弾性クリーニングブレードの当接条件は、クリーニング性を向上させる観点から当接荷重 $P:5\sim 50\text{g/cm}$ の線圧で当接することが好ましい。線圧が 5g/cm 未満だとトナーのすり抜けが発生しやすくなり、 50g/cm より大きいとブレードメクレが発生し易くなる。

【0113】なおクリーニング工程の前段階においては、クリーニングを容易にするために感光体表面を除電する除電工程を付加する事が好ましい。この除電工程は、例えば交流コロナ放電を生じさせる除電器により行われる。

【0114】本発明に用いられるゴム弾性クリーニングブレードの硬度は $65^\circ\sim 75^\circ$ 、反発弾性が $15\%\sim 60\%$ （ 20°C 、 $50\pm 5\%\text{RH}$ の条件下）のゴム弾性体が好ましい。反発弾性が 15% 未満だとブレードのバウディングが起こり易くなり、低温環境でのクリーニング性の確保が難しく、 75% を越えると逆にブレードの追従性が大きくなりブレードメクレが発生し易くなる（前記クリーニングブレードに用いられる弾性体ゴムブレードの物性値；硬度と反発弾性はJISA硬度及び反発弾性として、JISK6301の加硫ゴム物理試験方法に基づいて測定される）。

【0115】本発明に用いられるゴム弾性クリーニングブレードの材質としてはウレタンゴム、シリコンゴム、フッソゴム、クロロプレングム、ブタジエンゴム等が知られているが、これらの内、ウレタンゴムは他のゴムに比して摩耗特性が優れている点で特に好ましい。例えば、特開昭59-30574号に記載のポリカプロラクトンエステルとポリイソシアネートとを反応硬化せしめて得られるウレタンゴム等が好ましい。

【0116】本発明の前記トルク温度依存性が小さい電子写真感光体はクリーニング性が低下する 400mm/sec 以上のラインスピードの高速プロセスで更に有効であり、また滑材併用によるトルク低減策や感光体の温度制御で更に長期にわたって安定した画像形成を行うことができる。

38

【0117】以下、滑剤の供給の方法、感光体の温度制御について記載する。本発明の前記トルク温度依存性が小さいシロキサン系樹脂層を有する電子写真感光体は脂肪酸金属塩との親和性が特異的に向上し、感光体表面に均一に脂肪酸金属塩の薄膜を効果的に形成できる。この感光体表面に画像形成時に均一に脂肪酸金属塩の薄膜を形成する事により、本発明の前記シロキサン系樹脂層を有する感光体のクリーニングブレードに対するトルクが画像形成が進行するにつれて徐々に低下し、クリーニング性が安定してくる。本発明の感光体の使用初期のトルク T_s に対し画像形成が進行した時の前記トルク T_m の比 T_m/T_s は 0.9 以下で画像形成が行われるのが好ましい。このような本発明の感光体のクリーニングブレードに対するトルクの条件を効果的に形成する技術の具体的な実現手段として次に記載する。

【0118】即ち、

①現像剤中に脂肪酸金属塩を含有させる。

【0119】②感光体表面層に脂肪酸金属塩を含有させる。

③クリーニング補助部材を介して脂肪酸金属塩を感光体表面に供給する。

【0120】前記脂肪酸金属塩は一般に炭素数 10 以上の飽和又は不飽和脂肪酸の金属塩が好ましい。たとえばステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸インジウム、ステアリン酸ガリウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸ナトリウム、パルチミン酸アルミニウム、オレイン酸アルミニウム等が挙げられ、より好ましくはステアリン酸金属塩である。

【0121】本発明では脂肪酸金属塩の中でも特にフローテスターの流出速度が高い脂肪酸金属塩は劈開性が高く、本発明の前記感光体表面でより効果的に脂肪酸金属塩の層を形成することができる。流出速度の範囲としては 1×10^{-7} 以上 1×10^{-1} 以下が好ましく、 5×10^{-4} 以上 1×10^{-2} 以下であると最も好ましい。フローテスターの流出速度の測定は島津フローテスター「CFT-500」（島津製作所（株）製）を用いて測定した。

【0122】次に脂肪酸金属塩の各供給手段について記載する。現像剤中に脂肪酸金属塩を含有させる場合は、トナーの後処理工程でトナー中に脂肪酸金属塩を混合攪拌して分散させるのが好ましい。添加量はトナーの粒径等にも依存するが、一般的なトナーの粒径 $2\sim 15\mu\text{m}$ （体積平均粒径）では $0.01\sim 1$ 質量%が好ましい。脂肪酸金属塩が 0.01 質量%以下だとトナー表面から感光体表面への移行が不十分となり感光体表面に薄膜を形成することが難しい。また 1 質量%以上だと感光体表面に形成された脂肪酸金属塩薄膜への紙粉の付着が増大し、画像ボケが発生しやすくなる。

【0123】又、トナーへの流動性付与の観点から、無機微粒子、有機微粒子をトナーに添加し混合攪拌処理を

繰り返すことが好ましい。この場合、特に無機微粒子の使用が好ましく、シリカ、チタニア、アルミナ等の無機酸化物粒子の使用が好ましく、更に、これら無機微粒子はシランカップリング剤やチタンカップリング剤等によって疎水化処理されていることが好ましい次に本感光体保護層に脂肪酸金属塩を含有させる場合は以下に記すような本発明の保護層の塗布溶液中に分散或いは溶解させて塗布、乾燥させればよい。該感光体表面層中の脂肪酸金属塩の存在量は0.1質量%~10質量%が好ましい。脂肪酸金属塩が0.01質量%以下だと十分な効果が得られない。また10質量%以上だと感光体表面への紙粉の付着が増大し、画像ボケが発生しやすくなる。

【0124】次に、クリーニング補助部材を介して脂肪酸金属塩を感光体表面に供給する場合を説明する。

【0125】本発明に適用される画像形成方法、及び画像形成装置の実施の形態について、以下に説明する。

【0126】図2は本発明の画像形成装置の全体の構成を示す概要構成図である。図2に示す画像形成装置は、デジタル方式による画像形成装置であって、画像読取り部A、画像処理部B（図示省略）、画像形成部C、転写紙搬送手段としての転写紙搬送部Dから構成されている。

【0127】画像読取り部Aの上部には原稿を自動搬送する自動原稿送り手段が設けられていて、原稿載置台11上に載置された原稿は原稿搬送ローラ12によって1枚宛分離搬送され読み取り位置13aにて画像の読み取りが行われる。原稿読み取りが終了した原稿は原稿搬送ローラ12によって原稿排紙皿14上に排出される。

【0128】一方、プラテンガラス13上に置かれた場合の原稿の画像は走査光学系を構成する照明ランプ及び第1ミラーから成る第1ミラーユニット15の速度 v による読み取り動作と、V字状に位置した第2ミラー及び第3ミラーから成る第2ミラーユニット16の同方向への速度 $v/2$ による移動によって読み取られる。

【0129】読み取られた画像は、投影レンズ17を通してラインセンサである撮像素子CCDの受光面に結像される。撮像素子CCD上に結像されたライン状の光学像は順次電気信号（輝度信号）に光電変換されたのちA/D変換を行い、画像処理部Bにおいて濃度変換、フィルタ処理などの処理が施された後、画像データは一旦メモリに記憶される。

【0130】画像形成部Cでは、画像形成ユニットとして、像担持体であるドラム状の感光体（以下、感光体ドラムとも云う）21と、その外周に、帯電手段である帯電器22、現像手段である現像装置23、転写手段である転写器24、分離手段である分離器25、クリーニング手段26及びPCL（プレチャージランプ）27が各々動作順に配置されている。感光体21は、光導電性化合物をドラム基体上に塗布形成したもので、例えば有機感光体（OPC）が好ましく使用され、図示の時計方向

に駆動回転される。

【0131】回転する感光体21へは帯電器22による一様帯電がなされた後、露光光学系30により画像処理部Bのメモリから呼び出された画像信号に基づいた像露光が行われる。書き込み手段である露光光学系30は図示しないレーザーダイオードを発光光源とし、回転するポリゴンミラー31、 $f\theta$ レンズ（符号なし）、シリンドリカルレンズ（符号なし）を経て反射ミラー32により光路が曲げられ主走査がなされるもので、感光体21に対してA ϕ の位置において像露光が行われ、感光体21の回転（副走査）によって潜像が形成される。本実施の形態の一例では文字部に対して露光を行い潜像を形成する。

【0132】感光体21上の潜像は現像装置23によって反転現像が行われ、感光体21の表面に可視像のトナー像が形成される。転写紙搬送部Dでは、画像形成ユニットの下方に異なるサイズの転写紙Pが収納された転写紙収納手段としての給紙ユニット41（A）、41

（B）、41（C）が設けられ、また側方には手差し給紙を行う手差し給紙ユニット42が設けられていて、それらの何れかから選択された転写紙Pは案内ローラ43によって搬送路40に沿って給紙され、給紙される転写紙の傾きと偏りの修正を行うレジストローラ対44によって転写紙Pは一時停止を行ったのち再給紙が行われ、搬送路40、転写前ローラ43a及び転写進入ガイド板46に案内され、感光体21上のトナー画像が転写位置B ϕ において転写器24によって転写紙Pに転写され、次いで分離器25によって除電されて転写紙Pは感光体21面より分離し、搬送装置45により定着器50に搬送される。

【0133】定着器50は定着ローラ51と加圧ローラ52とを有しており、転写紙Pを定着ローラ51と加圧ローラ52との間を通過させることにより、加熱、加圧によってトナーを熔着させる。トナー画像の定着を終えた転写紙Pは排紙トレイ64上に排出される。

【0134】図3は、本発明の画像形成装置における感光体とその周辺の構成を示す正面図である。図3において、21は感光体、71は感光体21を加熱するために内周面に設けられた発熱体としてのヒータ、72は感光体の外周に当接または近接して設けられる感光体温度を検知する温度検知手段としての温度センサである。

【0135】また、前述した図2に示すように、本発明の画像形成装置には、該画像形成装置が設置されている環境の環境条件を検知するための環境条件検知手段73が設けられている。該環境条件検知手段73は、環境の温度を検知するための温度センサ731と、環境の湿度を検知するための湿度センサ732とから構成されている。

【0136】次に、本発明における感光体の温度制御の構成について説明する。図4は本発明の温度制御のため

41

の構成図である。温度センサ72、および温度センサ731と湿度センサ732から構成される環境条件検知手段73にて検知された温度情報および環境温度と環境湿度からなる環境情報は、制御手段80に入力され、制御手段80は該情報に基づき駆動手段である通電回路70を介してヒータ71を制御して感光体の温度を制御する。

【0137】本発明の感光体の温度制御には、モードに応じて異なる複数の制御温度が適用される。

【0138】また、環境条件に対応して複数の制御温度を適用することが好ましい。上記した感光体の温度制御について温度制御のフローチャートを用いて具体的に説明する。

【0139】図5のフローチャートには、ウォームアップモードでの感光体の温度制御のフローを示している。

【0140】図4のモード管理部81において、電源が投入されたことが検知される(F1)と、ウォームアップを実行するためにウォームアップモードが選択されセットされる(F2)。ウォームアップモードがセットされると、制御手段80では、感光体の温度制御が実行される。最初に、環境条件検知手段73により電源投入時の環境温度と湿度の検知を行なうように制御される(F9)。検知された環境温度情報と湿度情報は、制御手段80に入力され、環境情報に基づいて、あらかじめ作製された温度制御のためのテーブル表から第1の制御温度が、同様にあらかじめ作製された湿度制御のためのテーブル表から第2の制御温度がそれぞれ選択され、ウォームアップモードで適用される第1の制御温度と第2の制

感光体の作製

感光体1

〈下引き層〉

チタンキレート化合物(TC-750 松本製薬製)	30g
シランカップリング剤(KBM-503 信越化学社製)	17g
2-プロパノール	150ml

上記塗布液を用いてφ100mmの円筒形の導電性支持体上に、乾燥膜厚0.5μmとなるよう塗布した。

〈電荷発生層〉

Y型チタニルフタロシアニン(Cu-Kα特性X線によるX線回折の最大ピーク角度が2θで27.3)	60g
シリコーン変性ブチラル樹脂(X-40-1211M:信越化学社製)	700g
2-ブタノン	2000ml

を混合し、サンドミルを用いて10時間分散し、電荷発生層塗布液を調製した。この塗布液を前記下引き層の上に浸漬塗布法で塗布し、乾燥膜厚0.2μmの電荷発生

〈電荷輸送層〉

電荷輸送物質(N-(4-メチルフェニル)-N-{4-(β-フェニルスチリル)フェニル}-p-トルイジン	225g
ポリカーボネート(粘度平均分子量30,000)	300g
酸化防止剤(例示化合物1-3)	6g

42

御温度がセットされる(F10)。以降、各モードにおいては前記の電源投入時にセットされた第1の制御温度と第2の制御温度が適用されることが制御を簡単とする上で好ましい。このセットされた第1の制御温度と第2の制御温度により感光体の温度制御の実行が開始される(F11)。最初は感光体を第2の制御温度になるようヒータ71が点灯され感光体が加熱されるように温度コントロールが実行される(F12)。加熱により感光体の温度が第2の制御温度に到達したことが検知される(F13)と、所定時間の2分間、第2の制御温度で継続し、2分間の経過が検知される(F14)と、制御温度を第1の制御温度に切り替え(F15)、感光体の温度を低下せしめる。第1の制御温度まで低下したことが検知される(F16)と、感光体のウォームアップを完了し(F17)、ウォームアップモードでの感光体の温度制御を終了する。

【0141】本発明の電子写真感光体、画像形成方法、画像形成装置、及びプロセスカートリッジは、複写機、レーザープリンター、LEDプリンター、液晶シャッター式プリンター等の電子写真装置一般に適用し得るものであるが、更には電子写真技術を応用したディスプレイ、記録、軽印刷、製版、ファクシミリ等の装置にも広く適用し得るものである。

【0142】

【実施例】以下、実施例をあげて本発明を詳細に説明するが、本発明の様態はこれに限定されない。なお、文中「部」とは「質量部」を表す。

【0143】

【0144】

層を形成した。

【0145】

43

ジクロロメタン

を混合し、溶解して電荷輸送層塗布液を調製した。この塗布液を前記電荷発生層の上に浸漬塗布法で塗布し、乾

〈保護層〉

メチルトリメトキシシラン	182 g
例示化合物 (B-1)	50 g
酸化防止剤 (例示化合物 2-1)	1 g
1-ブタノール	225 g
コロイダルシリカ (30%メタノール溶液)	100 g
2%酢酸	106 g
アルミニウムトリスアセチルアセトナート	1 g

シラン化合物と1-ブタノール、2%酢酸を混合し、攪拌しながら40℃の温度で16時間攪拌した後、例示化合物 (B-1)、酸化防止剤、アルミニウムトリスアセチルアセトナートを加えて更に室温で1時間攪拌して保護層用の塗布液を調製した。この塗布液を前記電荷輸送層の上に円形量規制型塗布装置により乾燥膜厚3μmの

〈保護層〉

メチルトリメトキシシラン	100 g
ジメチルジメトキシシラン	82 g
例示化合物 (B-1)	50 g
酸化防止剤 (例示化合物 2-1)	0.5 g
1-ブタノール	225 g
2%酢酸	106 g
アルミニウムトリスアセチルアセトナート	1 g

シラン化合物と1-ブタノール25g、2%酢酸を混合し、加熱攪拌しながら生成してくるメタノールを留去しながら計36時間の反応を行った。次いで1-ブタノール200g、例示化合物 (B-1)、酸化防止剤、アルミニウムトリスアセチルアセトナートを加えて更に室温で1時間攪拌して保護層用の塗布液を調製した。この塗布液を前記電荷輸送層の上に円形量規制型塗布装置によ

〈保護層〉

メチルトリメトキシシラン	182 g
酸化防止剤 (例示化合物 2-1)	0.5 g
1-ブタノール	225 g
2%酢酸	106 g
アルミニウムトリスアセチルアセトナート	1 g

シラン化合物と1-ブタノール25g、2%酢酸を混合し、加熱攪拌しながら生成してくるメタノールを留去しながら計36時間の反応を行った。次いで1-ブタノール200g、酸化防止剤、アルミニウムトリスアセチルアセトナートを加えて更に室温で1時間攪拌して保護層用の塗布液を調製した。この塗布液を前記電荷輸送層の上に円形量規制型塗布装置により乾燥膜厚3μmの樹脂層を形成し、該樹脂層を120℃、1.5時間の加熱硬化を行い、架橋構造を有するシロキサン系樹脂層を形成し、感光体3を作製した。

【0151】現像剤の作製

現像剤1

44

2000ml

乾燥膜厚20μmの電荷輸送層を形成した。

【0146】

182 g
50 g
1 g
225 g
100 g
106 g
1 g

樹脂層を形成し、この樹脂層を110℃、1時間の加熱硬化を行い、電荷輸送性を有する架橋構造のシロキサン系樹脂層を形成し感光体1を作製した。

【0147】感光体2

感光体1と同様にして電荷輸送層までを作製した。

【0148】

100 g
82 g
50 g
0.5 g
225 g
106 g
1 g

り乾燥膜厚3μmの樹脂層を形成し、該樹脂層を120℃、1.5時間の加熱硬化を行い、電荷輸送性を有する架橋構造のシロキサン系樹脂層を形成し、感光体2を作製した。

【0149】感光体3

感光体1と同様にして電荷輸送層までを作製した。

【0150】

182 g
0.5 g
225 g
106 g
1 g

スチレン：ブチルアクリレート：ブチルメタクリレート＝75：20：5の質量比からなるスチレンアクリル樹脂100部、カーボンブラック10部、低分子量ポリプロピレン（数平均分子量＝3500）4部とを溶解、混練した後、機械式粉碎機を使用し、微粉碎を行い、分級して体積平均粒径が6.5μmの着色粒子を得た。

【0152】得られた着色粒子100部に対して外添剤として平均粒径12nmの疎水性シリカ粒子（R805：日本アエロジル社製）0.4部、チタニア粒子（T805：日本アエロジル社製）0.6部を混合し、ヘンシェルミキサーで常温下、攪拌羽根の周速40（m/s）で10分間混合し、負帯電性トナーを得た。この

45

トナーの固着率は45%であった。

【0153】上記トナーに、シリコン樹脂を被覆した体積平均粒径 $60\mu\text{m}$ のフェライトキャリアを混合して、トナー濃度が5%の現像剤を調製した。

【0154】現像剤2

現像剤1において、外添剤として更にステアリン酸亜鉛（ジnkステアレートS：日本油脂社製）0.05部を加えた他は現像剤1と同様にして現像剤2を作製した。

【0155】実施例1～8、比較例1～4

画像評価、及びトルク測定の方法を表1に記載のように設定し、評価を行った。上記感光体、現像剤をコニカ社製デジタル複写機Konica7075（コロナ帯電、レーザ露光、反転現像、静電転写、爪分離、クリーニングブレードを採用プロセスを有する）を感光体の線速が可変となるように改造した改造機に搭載した。

【0156】電子写真感光体とクリーニングブレードのトルクの測定。

前記記載の方法により測定した。感光体の表面温度は感光体内部に組み込んだ面上発熱体により加熱を行うことでコントロールし、感光体表面温度は表面温度センサーにより検出した値である。

【0157】（1）画像評価条件

尚、上記7075を用いた画像評価条件は下記の条件に設定した。

【0158】帯電条件

帯電器：スコトロロン帯電器、初期帯電電位を -750

画像濃度 ◎：1.2以上：良好

○：1.2未満～1.0：実用上問題ないレベル

×：1.0未満：実用上問題となるレベル

カブリ ○：カブリ発生無し

×：時々カブリ発生有り

××：連続したカブリ発生有り

クリーニング性

◎：全ての画像でクリーニング不良なし

○：全コピー画像中クリーニング不良の発生が0.1%未満

×：全コピー画像中クリーニング不良の発生が0.1%以上

傷の発生（コピー画像の黒筋、白筋の発生と感光体表面の傷観察と対応させて評価した）

◎：20万枚の1枚も黒筋、白筋発生無し

○：20万枚中1枚～10枚の黒筋又は白筋発生

×：20万枚中11枚以上の黒筋又は白筋発生

評価条件と結果を表1、2に示した。

【0162】

46

V

現像条件

DCバイアス； -500V

Dsd（感光体と現像スリーブ間距離）； $600\mu\text{m}$

現像剤層規制；磁性H-Cut方式

現像剤層厚； $700\mu\text{m}$

現像スリーブ径； 40mm

転写条件

転写極；コロナ帯電方式、転写ダミー電流値； $4.5\mu\text{A}$

クリーニング条件

クリーニング部に硬度 70° 、反発弾性34%、厚さ2mm、自由長9mmのウレタンクリーニングブレードをカウンター方向に当接角 $10\pm 0.5^\circ$ 、線圧 20g/cm となるように重り荷重方式で当接した。

【0159】（2）画像評価1

画像評価は、画素率が7%の文字画像、人物顔写真、ベタ白画像、ベタ黒画像がそれぞれ1/4等分にあるオリジナル画像をA4で両面連続の複写を行い、高温高湿環境（ 30°C 、80%RH）にて200,000枚のコピーの実写評価を行った。

【0160】画質：画像濃度はベタ黒画像の濃度をマクベス社製RD-918を使用し絶対反射濃度で測定した。さらに、カブリについてはベタ白画像を使用し、目視判定を行った。

【0161】

【表1】

実施例 比較例	感光体 No.	現像剤 No.	ドラム線速 (mm/sec)	感光体の起動トルク(kgf・cm)		
				40℃	50℃	トルク比 Tr (50℃/40℃)
実施例 1	1	1	370	4.5	6.5	1.44
実施例 2	1	2	370	4.5	6.5	1.44
実施例 3	1	1	500	4.5	6.5	1.44
実施例 4	1	2	500	4.5	6.5	1.44
実施例 5	2	1	370	4.0	4.5	1.13
実施例 6	2	2	370	4.0	4.5	1.13
実施例 7	2	1	500	4.0	4.5	1.13
実施例 8	2	2	500	4.0	4.5	1.13
比較例 1	3	1	370	4.8	9.9	2.06
比較例 2	3	2	370	4.8	9.9	2.06
比較例 3	3	1	500	4.8	9.9	2.06
比較例 4	3	2	500	4.8	9.9	2.06

【0163】

【表 2】

実施例 比較例	画像評価				トルク評価(kgf・cm)		
	濃度	カブリ	クリーニング性	傷評価	初期	10kc	比 (10kc/初期)
実施例 1	◎	○	△	○	4.5	4.8	1.07
実施例 2	◎	○	○	◎	4.5	3.1	0.78
実施例 3	◎	○	△	△	4.5	4.8	1.07
実施例 4	◎	○	○	◎	4.5	3.1	0.78
実施例 5	◎	○	○	○	4.0	4.2	1.05
実施例 6	◎	◎	◎	◎	4.0	2.9	0.69
実施例 7	◎	○	○	○	4.0	4.2	1.05
実施例 8	◎	◎	○	◎	4.0	2.9	0.69
比較例 1	△	×	×	○	4.8	6.8	1.42
比較例 2	△	△	△	○	4.8	4.7	0.98
比較例 3	△	×	×	△	5.2	9.5	1.83
比較例 4	○	×	×	△	5.2	6.0	1.15

【0164】*トルク評価

初期：未使用感光体のスタート時のトルク

10kc：1万コピー終了時のトルク

高温高湿環境下において本発明のトルクの温度依存性が小さい感光体を用いた実施例 1～8 の複写画像は濃度、カブリ等の画質は勿論、クリーニング性、白スジや黒スジの原因となる感光体表面の傷の発生もない良好な画像を得ることができる。一方、トルクの温度依存性が 2.0 より大きい感光体 3 を用いた比較例 1～4 はクリーニング性が劣り、複写画像も良好ではない。又、初期トルクに比し、10kc コピー終了時にトルクが低下した実施例 2、4、6、8 は特に良好な複写画像が得られてい

る。

【0165】実施例 9～12、比較例 5～8

(3) 画像評価 2

画像評価、及びトルク測定 conditions を表 3 に記載のように設定し、評価を行った評価は低温低湿環境 (10℃、20%RH) にて 200,000 コピーの実写評価を行った。尚、温度制御については感光体内部のドラムヒーターを用いて温度コントロールを行った。

【0166】評価条件と結果を表 3、4 に示した。

【0167】

【表 3】

実施例 比較例	感光体 No.	現像剤 No.	ドラム線速 (mm/sec)	感光体の起動トルク(kgf・cm)			温度制御
				40℃	50℃	トルク比 Tr (50℃/40℃)	
実施例 9	1	1	370	4.5	6.5	1.44	なし
実施例 10	1	2	370	4.5	6.5	1.44	30℃
実施例 11	1	1	500	4.5	6.5	1.44	なし
実施例 12	1	2	500	4.5	6.5	1.44	30℃
比較例 5	3	1	370	4.8	9.9	2.06	なし
比較例 6	3	2	370	4.8	9.9	2.06	30℃
比較例 7	3	1	500	4.8	9.9	2.06	なし
比較例 8	3	2	500	4.8	9.9	2.06	30℃

【0168】

【表 4】

実施例 比較例	画像評価				備考
	濃度	カブリ	クリーニング性	傷評価	
実施例 9	◎	◎	○	△	良好
実施例 10	◎	◎	◎	◎	良好
実施例 11	◎	◎	△	△	軽微なトナーのすり抜け発生
実施例 12	◎	◎	○	◎	良好
比較例 5	○	○	×	×	ブレードのバウンディングに対応したスジ状欠陥発生
比較例 6	○	○	×	○	トナーのすり抜け発生
比較例 7	△	○	×	×	ブレードのバウンディングに対応したスジ状欠陥発生
比較例 8	○	○	×	△	トナーのすり抜け発生

【0169】低温低温環境下において本発明のトルクの温度依存性が小さい感光体を用いた実施例9～12の複写画像は濃度、カブリ等の画質は勿論、クリーニング性、白スジや黒スジの原因となる感光体表面の傷の発生もない良好な画像を得ることができる。

【0170】一方トルクの温度依存性が大きい感光体を用いた比較例5～8の複写画像はクリーニング性の劣化が発生しやすく、特に感光体の温度制御をしない比較例5及び7はブレードのバウンディングやブレードめくれが発生している。

【0171】

【発明の効果】前記の実施例より明らかなように、本発明の電子写真感光体、該感光体を用いた画像形成方法、画像形成装置、及びプロセスカートリッジを用いることにより、長期に亘って安定したクリーニング性を確保でき、良好な電子写真画像を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】クリーニングの機構を説明する図である。

【図2】本発明の画像形成装置の全体の構成を示す概要構成図である。

【図3】本発明の画像形成装置における感光体とその周辺の構成を示す正面図である。

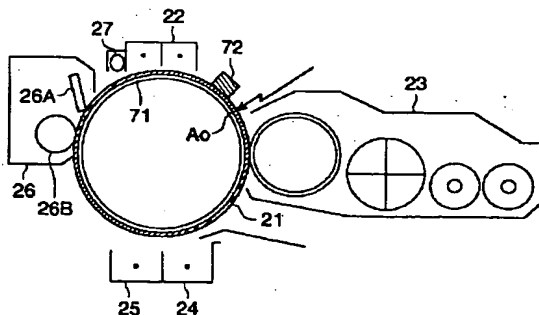
【図4】温度制御のための構成図である。

【図5】ウォームアップモードでの感光体の温度制御のフローチャートである。

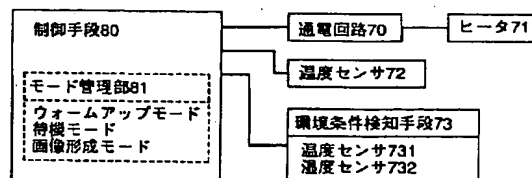
【符号の説明】

- 21 感光体
- 22 帯電器
- 23 現像装置
- 24 転写器
- 25 分離器
- 26 クリーニング手段
- 26A 弾性体ゴムブレード
- 27 PCL（プレチャージランプ）
- 30 露光光学系
- 70 通電回路
- 71 ヒータ
- 72 温度センサ
- 73 環境条件検知手段
- 731 温度センサ
- 732 湿度センサ
- 80 制御手段
- 81 モード管理部

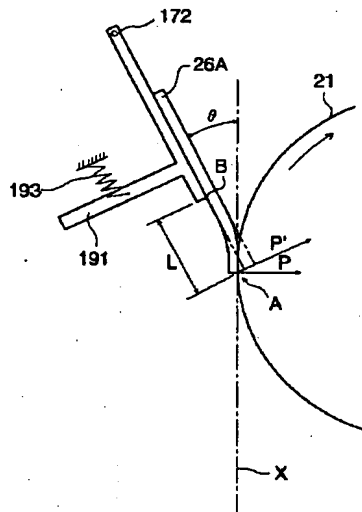
【図3】



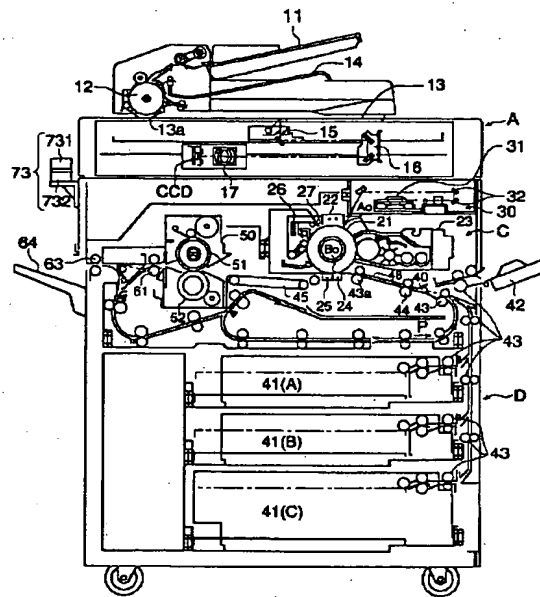
【図4】



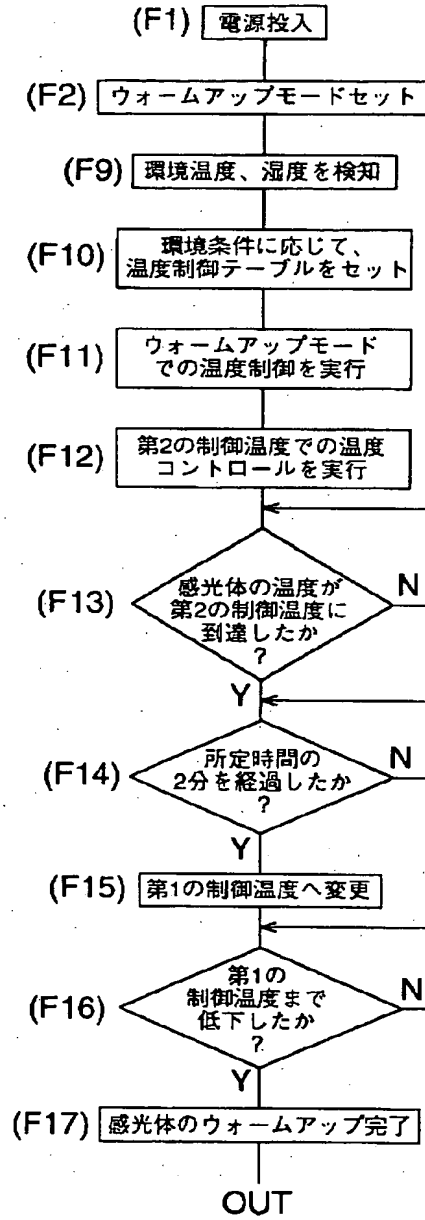
【図1】



【図2】



【図5】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2H027 DA13 DA14 DA17 DE07 ED02

EE03 EE06

2H034 BF03 BF05 BF06

2H068 AA03 AA04 AA08 BA12 BA58

BB33 BB57 CA06

9A001 BB06 JJ35 KK42